

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-310474

(43)Date of publication of application : 24.11.1998

---

(51)Int.Cl.

C04B 35/565  
// C04B 41/88

---

(21)Application number : 09-134288

(71)Applicant : TOKAI KONETSU KOGYO CO  
LTD

(22)Date of filing : 08.05.1997

(72)Inventor : ONO TOSHITERU  
FUKUTANI YOSHIHITO  
SATOU KIMITOSHI

---

(54) SILICON CARBIDE-SILICON COMPOSITE CERAMIC MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an SiC-Si composite ceramic material less liable to consumption due to oxidation and having superior durability in an atmosphere of a hot alkali gas contg. Na, K, Pb, Bi, etc., by incorporating a specified amt. of Ca into SiC-Si composite ceramics having a specified compsn.

SOLUTION: This SiC-Si composite ceramic material contains 0.5-2.0 pts.wt. (expressed in terms of elemental Ca) Ca as a simple substance or Ca compd. in 100 pts.wt. SiC-Si composite ceramics consisting of 75-85 wt.% SiC and 25-15 wt.% Si. It is produced as follows; SiC powder is mixed with powder of metal Ca or a Ca compd. such as CaF<sub>2</sub>, CaC<sub>2</sub>, CaCO<sub>3</sub>, or CaSi<sub>2</sub> in a prescribed ratio, the mixture is slurried and molded, and the resultant molded body is embedded in Si powder and fired by heating at a high temp. in an inert atmosphere to infiltrate Si.

**\* NOTICES \***

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]SiC-Si composite-ceramics material comprising a compound presentation which Ca simple substance or Ca compounds converted into a Ca element, and contained at a rate of 0.5 to 2.0 weight section in SiC-Si composite-ceramics 100 weight section which consists of 75 to 85 % of the weight of SiC(s), and 25 to 15 % of the weight of Si.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JP0 and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] In the firing furnace which heat-treats fluorescent paint, electronic parts, etc., for example, this invention relates to the SiC-Si composite-ceramics material which demonstrates the endurance outstanding in the hot alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] In the firing furnace which heat-treats fluorescent paint, electronic parts or a ceramics product, etc., the inside of a furnace becomes an alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc. in many cases by the gas constituents fed for the gas emitted from processed material, or a controlled atmosphere. Therefore, when carrying out baking treatment in such a hot alkali gas atmosphere, the endurance outstanding in a hot alkali gas atmosphere is required of the container, the jig, and the various members which put in processed material.

[0003] The SiC sintered compact is excellent in the construction material characteristics, such as heat resistance, high temperature strength, thermal shock resistance, abrasion resistance, and corrosion resistance.

Useful is carried out as various structural members of a high temperature service.

Usually, although a SiC sintered compact uses a SiC powder as a raw material and it is manufactured by the method of fabricating and sintering, since covalent bond nature of SiC is strong, its degree of sintering is low, and it is difficult to obtain a precise sintered compact. Then, it impregnates with Si fused in the stoma of a SiC sintered compact, and is filled up, and the SiC-Si composite ceramics which attained high eburnation are used as the member of a high temperature service, for example, the jig for calcination, \*\*, a crucible, a liner tube, etc.

[0004] However, there is a fault that SiC-Si composite ceramics have the remarkable consumption by oxidation in the hot alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc., and endurance is low. Namely, although a surface layer converts SiC-Si composite

ceramics into  $\text{SiO}_2$  and they function as an oxidation protective film under high-temperature-oxidation nature atmosphere, In a hot alkali gas atmosphere, the  $\text{SiO}_2$  film generated to the surface layer will be in a molten state at a lower temperature, the permeability of oxygen gas becomes large, and oxidation resistance falls.  $\text{SiO}_2$  of a molten state becomes foamy by CO gas and SiO gas emitted when SiC and Si oxidize, and oxidative consumption advances, foaming violently.

[0005] Thus, when SiC-Si composite ceramics are used as members, such as a calcination container, a liner tube, a jig, etc. which heat-treat fluorescent paint, several kinds of electronic parts, etc., life time is short, and there is a problem which foamy output mixes in processed material and pollutes. Therefore, development of the ceramic material which can be stably used in a hot alkali gas atmosphere is demanded strongly.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In order that this invention persons may develop the SiC-Si composite ceramics in alignment with such a demand, If it is the construction material presentation which blended Ca simple substance or Ca compounds with SiC-Si composite ceramics at a specific rate as a result of repeating research on many sides about a construction material ingredient and a presentation, It checked that endurance improved, even if processed at the elevated temperature which exceeds 1300 \*\* in the alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc.

[0007] This invention is developed based on the above-mentioned knowledge, and in the bottom of the hot alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc., the purpose has little consumption by oxidation, and there is in providing the SiC-Si composite-ceramics material which demonstrates the outstanding endurance.

[0008]

[Means for Solving the Problem] SiC-Si composite-ceramics material by this invention for attaining the above-mentioned purpose, It is characterized [ constitutional ] by comprising a compound presentation which Ca simple substance or Ca compounds converted into a Ca element, and contained at a rate of 0.5 to 2.0 weight section in SiC-Si composite-ceramics 100 weight section which consists of 75 to 85 % of the weight of SiC(s), and 25 to 15 % of the weight of Si.

[0009]

[Embodiment of the Invention] As for the ceramics used as the base material of the SiC-Si composite-ceramics material of this invention, the composite ceramics in which Si consists of 25 to 15% of the weight of a presentation rate 75 to 85% of the weight in SiC are used. The stoma which remains if the creep resistance characteristic and abrasion resistance fall, and SiC exceeds 85 % of the weight and Si is less than 15 % of the weight, since there are many amounts of Si which carried out impregnating restoration when SiC exceeds less than 75 % of the weight and Si exceeds 25 % of the weight will increase, and a strength property and an oxidation-resistant fall will be caused.

[0010]This invention comprises the compound presentation which Ca simple substance or Ca compounds convert into a Ca element, and contain at a rate of 0.5 to 2.0 weight section to SiC-Si composite-ceramics 100 weight section of this presentation rate. If the loadings of Ca constituents convert into a Ca element and are less than 0.5 weight sections, It is because hot alkali gas and Ca constituents will react, a solid will deposit, it will mix in a processed material and contamination will be caused, when the endurance in the hot alkali gas atmosphere over 1300 \*\* is inferior and it exceeds 2.0 weight sections on the other hand.

[0011]As mentioned above, SiC-Si composite ceramics, Since the oxidation protective film of  $\text{SiO}_2$  generated in a hot alkali gas atmosphere will be in a molten state at low temperature more, the permeability of oxygen gas becomes large,  $\text{SiO}_2$  of a molten state becomes foamy by CO gas and SiO gas emitted when SiC and Si oxidize, and oxidative consumption advances, foaming violently.

[0012]In this case, if Ca constituents exist, the viscosity of  $\text{SiO}_2$  fused by a reaction with  $\text{SiO}_2$  which is an oxidation protective film increases remarkably, and permeability of oxygen gas can be made very small. As a result, it is surmised that improvement in endurance is achieved. And in order to fully demonstrate a durable improved effect, Ca constituents need to consider it as the compound presentation which the value which converted Ca simple substance or Ca compounds into the Ca element contains at a rate of 0.5 to 2.0 weight section to SiC-Si ceramic 100 weight section. Ca constituents are because the viscosity of  $\text{SiO}_2$  of a molten state cannot fully be increased by less than 0.5 weight sections as a Ca element reduced property. As a result, it is difficult to hold the permeability of oxygen gas low, and it becomes difficult to fully raise endurance. However, when Ca constituents exceed 2.0 weight sections as a Ca element reduced property, it is for a possibility of Ca constituents reacting to hot alkali gas, and a solid depositing, and mixing and polluting to a processed material to arise.

[0013]The SiC-Si composite-ceramics material of this invention can be manufactured as follows, for example. Addition mixing of Ca simple substance powder or the powder of Ca compounds is carried out at a predetermined rate, powder mixture is thrown into underwater [ which added the dispersing agent etc. / an organic binder and if needed /, such as methyl cellulose and glycerin, ], agitation mixing is fully carried out to SiC powder, and a slurry is prepared. After fabricating the prepared slurry by proper molding means, such as casting and pressing, to desired shape, dry removal of the moisture is carried out and a SiC generation form is acquired. The SiC-Si composite-ceramics material of this invention is manufactured by calcinating, while carrying out time heating calcination suitably at the inside of inert atmospheres, such as argon gas, for example, the temperature of 1800-2000 \*\*, fusing Si powder and carrying out being osmosis impregnated into a raw Plastic solid, where this generation form is entirely wrapped with Si powder.

[0014]The powder of metal Ca is used as Ca simple substance powder, and powder, such as for example,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{CaC}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$ , and  $\text{CaSi}_2$ , is used as powder of Ca compounds. As for these Ca simple substance powder and Ca-compounds powder, the value converted into the Ca element to SiC-Si composite ceramics is blended by the predetermined quantitative ratio which becomes comparatively. As for SiC powder, Ca simple substance or the powder of Ca compounds, and Si powder, it is preferred to use the powder which carried out grain refining.

[0015]

[Example]Hereafter, the example of this invention is concretely described as contrasted with a comparative example.

[0016] $\text{CaF}_2$  powder (mean particle diameter of 1.5 micrometers) was blended with an example and comparative example SiC powder (mean particle diameter 3.0 micrometers) by a different quantitative ratio, methyl cellulose was used for the organic binder, dispersion mixing was carried out underwater, and the uniform slurry was prepared. It dried and the generation form was acquired, after fabricating this slurry in the shape of [ which gets 100 mm in diameter, and 150 mm in height by casting ] a jar. It put into the firing furnace held at argon gas atmosphere where the acquired generation form is entirely wrapped with the powder of metal Si, and it held in temperature of 1900 \*\* for 2 hours, and heating calcination was carried out. Thus, the SiC-Si composite-ceramics material which comprises the compound presentation which contained the amount of Ca elements at a different rate was manufactured.

[0017]In order to examine the endurance in an alkali gas atmosphere about these SiC-Si composite-ceramics material, it put into the firing furnace by which adjustment maintenance was carried out at the gas atmosphere containing PbO of 3.0 capacity %, and heat-treated at the temperature of 1300 \*\* for 500 hours. The weight and flexural strength before and after this heat treatment were measured, and the endurance in the inside of an alkali gas atmosphere was compared. Visual observation estimated the surface state of the jar which gets after heat treatment in accordance with the following judging standard.

O -- Change is not accepted.

\*\* -- The solid generated by a reaction with alkali gas exists.

x -- A lot of foamy sludges exist.

[0018]Thus, the result of the obtained durability test was shown in Table 1 with the amount of Ca elements in SiC-Si composite-ceramics material, etc.

[0019]

[Table 1]

Run. No.	1	2	3	4	5	6
複合セラミックス材						
SiC (重量%)	80	80	80	80	80	80
Si (重量%)	20	20	20	20	20	20
Ca元素 (重量部)	0	0.3	0.5	1.0	2.0	2.5
見掛気孔率 (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
重量変化率 ( $\Delta Wt\%$ )	-10	-5	-1	0	0	0
室温曲げ強度(MPa)						
熱処理前	300	300	300	300	300	300
熱処理後	190	220	280	290	280	280
目視観察結果	×	×	○	○	○	△

[0020]As opposed to the result of Table 1 to SiC-Si compound ceramic 100 weight section, The value converted into the amount of Ca elements the SiC-Si composite-ceramics material of this invention of Run.No.3 which made  $\text{CaF}_2$  contain at a rate of 0.5 to 2.0 weight section - 5, The temperature of 1300 \*\* has very few rates of a weight change at the time of heat-treating for 500 hours in the alkali gas atmosphere containing PbO of 3.0 capacity %, and it turns out that change of the room temperature flexural strength before and behind heat treatment is also small. It becomes clear that abnormalities are not accepted but the surface state after heat treatment is also excellent in the endurance in an alkali gas atmosphere. On the other hand, when the amount of Ca elements heat-treats in an alkali gas atmosphere in little Run.No.1 and 2, since there is much consumed quantity, the rate of a weight change is large, and the remarkable thing of the fall of the flexural strength accompanying heat treatment is clear. It is generated by a lot of foamy sludges by heat treatment. On the other hand, in Run.No.6 with many amounts of Ca elements, it turns out that a solid generates in response to the time of heat treatment with alkali gas in Ca constituents.

[0021]

[Effect of the Invention]According to [ above passage ] the SiC-Si composite-ceramics material of this invention, the endurance outstanding under a hot alkali gas atmosphere can be given by considering it as the compound presentation made to contain at a rate of 0.5 to 2.0 weight section by making Ca simple substance or Ca compounds into the amount of Ca elements. Therefore, it becomes possible to cover a long time and to use it stably as \*\* used when carrying out high temperature heat treatment of fluorescent paint, the electronic parts, etc. in the alkali gas atmosphere containing Na, K, Pb, Bi, etc., calcination containers, such as a crucible, or the liner tube and the various jigs for heating furnaces.

---

[Translation done.]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-310474

(43) 公開日 平成10年(1998)11月24日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C 0 4 B 35/565

C 0 4 B 35/56

1 0 1 A

// C 0 4 B 41/88

41/88

U

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平9-134288

(22) 出願日 平成9年(1997)5月8日

(71) 出願人 000219750

東海高熱工業株式会社

東京都新宿区西新宿6丁目14番1号

(72) 発明者 大野 寿輝

愛知県名古屋市中区岩戸町11番6号

(72) 発明者 福谷 佳人

愛知県名古屋市中区東蟹田1025番地

(72) 発明者 佐藤 仁俊

愛知県中島郡祖父江町大字四貫214番1号

(74) 代理人 弁理士 福田 保夫 (外1名)

(54) 【発明の名称】 SiC-Si 複合セラミックス材

(57) 【要約】

【課題】 Na、K、Pb、Bi等を含有する高温アルカリガス雰囲気中で優れた耐久性を発揮するSiC-Si複合セラミックス材を提供する。

【解決手段】 SiC75~85重量%とSiC25~15重量%とからなるSiC-Si複合セラミックス100重量部に、Ca単体又はCa化合物がCa元素に換算して0.5~2.0重量部の割合で含有した複合組成から成るSiC-Si複合セラミックス材。高温アルカリガス雰囲気中で優れた耐久性を有し、蛍光塗料や電子部品等を熱処理する際に用いる、さや、るつぼ等の焼成容器、均熱管、各種部材として長時間、安定に使用することが可能である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 SiC75～85重量%とSi25～15重量%とからなるSiC-Si複合セラミックス100重量部に、Ca単体又はCa化合物がCa元素に換算して0.5～2.0重量部の割合で含有した複合組成から成ることを特徴とするSiC-Si複合セラミックス材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば蛍光塗料や電子部品等を熱処理する焼成炉において、Na、K、Pb、Bi等を含有する高温アルカリガス雰囲気中で優れた耐久性を発揮するSiC-Si複合セラミックス材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】蛍光塗料や電子部品又はセラミックス製品等を熱処理する焼成炉においては、被処理材から発生するガスあるいは雰囲気調整のために送入されるガス成分によって、炉内がNa、K、Pb、Bi等を含有するアルカリガス雰囲気になることが多い。したがって、このような高温のアルカリガス雰囲気中で焼成処理する場合、被処理材を入れる容器や治具及び各種部材には、高温アルカリガス雰囲気中において優れた耐久性が要求される。

【0003】SiC焼結体は、耐熱性、高温強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐蝕性等の材質特性に優れており、高温用の各種構造部材として有用されている。通常、SiC焼結体はSiC粉粒を原料として、成形、焼結する方法で製造されているが、SiCは共有結合性が強いために焼結性が低く、緻密な焼結体を得ることが困難である。そこで、SiC焼結体の気孔中に溶解したSiを含浸させて充填し、高緻密化を図ったSiC-Si複合セラミックスが高温用の部材、例えば、焼成用の治具、さや、るつぼ、均熱管等として使用されている。

【0004】しかしながら、SiC-Si複合セラミックスはNa、K、Pb、Bi等を含有する高温のアルカリガス雰囲気中では酸化による消耗が著しく、耐久性が低いという欠点がある。すなわち、SiC-Si複合セラミックスは、高温酸化性雰囲気下では表層面がSiO<sub>2</sub>に転化して酸化保護膜として機能するが、高温アルカリガス雰囲気では表層面に生成したSiO<sub>2</sub>膜がより低い温度で熔融状態となり、酸素ガスの透過性が大きくなって耐酸化性が低下する。更に、SiC及びSiが酸化された際に発生するCOガスやSiOガスにより熔融状態のSiO<sub>2</sub>が泡状となり、激しく発泡しながら酸化消耗が進行する。

【0005】このように、SiC-Si複合セラミックスを蛍光塗料や各種電子部品等を熱処理する焼成容器、均熱管、治具等の部材として使用すると耐用期間が短く、また泡状生成物が被処理材に混入して汚染する問題

点がある。したがって、高温のアルカリガス雰囲気中で安定に使用することのできるセラミックス材の開発が強く要求されている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは、このような要求に沿ったSiC-Si複合セラミックスを開発するために、材質成分及び組成について多角的に研究を重ねた結果、Ca単体又はCa化合物を特定の割合でSiC-Si複合セラミックスに配合した材質組成とすると、Na、K、Pb、Bi等を含有するアルカリガス雰囲気中において、1300℃を越える高温で処理しても耐久性が向上することを確認した。

【0007】本発明は上記の知見に基づいて開発されたものであり、その目的はNa、K、Pb、Bi等を含有する高温のアルカリガス雰囲気下において、酸化による消耗が少なく、優れた耐久性を発揮するSiC-Si複合セラミックス材を提供することにある。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するための、本発明によるSiC-Si複合セラミックス材は、SiC75～85重量%とSi25～15重量%とからなるSiC-Si複合セラミックス100重量部に、Ca単体又はCa化合物がCa元素に換算して0.5～2.0重量部の割合で含有した複合組成から成ることを構成上の特徴とする。

## 【0009】

【発明の実施の形態】本発明のSiC-Si複合セラミックス材の母材となるセラミックスは、SiCが75～85重量%、Siが25～15重量%の組成割合からなる複合セラミックスが用いられる。SiCが75重量%未満、Siが25重量%を越える場合には含浸充填したSi量が多いために耐クリープ特性や耐摩耗性が低下し、またSiCが85重量%を越え、Siが15重量%を下回ると残存する気孔が多くなって、強度特性や耐酸化性の低下を招くこととなる。

【0010】本発明は、この組成割合のSiC-Si複合セラミックス100重量部に対して、Ca単体又はCa化合物がCa元素に換算して0.5～2.0重量部の割合で含有する複合組成から成ることを特徴とする。Ca成分の配合量がCa元素に換算して0.5重量部未満であると、1300℃を越える高温のアルカリガス雰囲気中における耐久性が劣り、一方2.0重量部を上回ると高温のアルカリガスとCa成分とが反応して固形物が析出し、被処理物に混入して汚染を招くこととなるためである。

【0011】上述したようにSiC-Si複合セラミックスは、高温アルカリガス雰囲気中では生成したSiO<sub>2</sub>の酸化保護膜がより低温で熔融状態となるために酸素ガスの透過性が大きくなり、更に、SiC及びSiが酸化された際に発生するCOガスやSiOガスにより熔融

状態の $\text{SiO}_2$ が泡状となって、激しく発泡しながら酸化消耗が進行する。

【0012】この場合にCa成分が存在すると、酸化保護膜である $\text{SiO}_2$ との反応により溶融した $\text{SiO}_2$ の粘性が著しく増大し、酸素ガスの透過性を極めて小さくすることができる。その結果、耐久性の向上が図られるものと推測される。そして、耐久性の向上効果を十分に発揮させるためには、Ca成分はSiC-Siセラミックス100重量部に対し、Ca単体又はCa化合物をCa元素に換算した値が0.5~2.0重量部の割合で含有する複合組成とすることが必要である。Ca成分がCa元素換算値として0.5重量部未満では、溶融状態の $\text{SiO}_2$ の粘性を十分に増大させることができないためである。その結果、酸素ガスの透過性を低く保持することが難しく、耐久性を十分に向上させることが困難となる。しかしながら、Ca成分がCa元素換算値として2.0重量部を上回ると、Ca成分が高温アルカリガスと反応して固形物が析出し、被処理物に混入、汚染する恐れが生じるためである。

【0013】本発明のSiC-Si複合セラミックス材は、例えば次のようにして製造することができる。SiC粉末に、所定の割合でCa単体粉末あるいはCa化合物の粉末を添加混合し、混合粉末をメチルセルロースやグリセリン等の有機バインダー及び必要に応じ分散剤等を添加した水中に投入し、十分に攪拌混合してスラリーを調製する。調製したスラリーを鑄造成形や加圧成形等の適宜な成形手段で所望形状に成形したのち、水分を乾燥除去してSiC生成形体を得る。この生成形体をSi粉末で被包した状態で、アルゴンガス等の不活性雰囲気中、例えば1800~2000℃の温度に適宜時間加熱焼成し、Si粉末を溶融して生成形体中に浸透含浸させるとともに焼成することにより本発明のSiC-Si複合セラミックス材が製造される。

【0014】Ca単体粉末としては金属Caの粉末が、またCa化合物の粉末としては例えば、 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{CaC}_2$ 、 $\text{CaCO}_3$ 、 $\text{CaSi}_2$ 等の粉末が用いられる。これらのCa単体粉末やCa化合物粉末は、SiC-Si

i複合セラミックスに対してCa元素に換算した値が所定の割合となる量比で配合される。なおSiC粉末、Ca単体あるいはCa化合物の粉末、及びSi粉末は粒度調整した粉末を用いることが好ましい。

【0015】

【実施例】以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0016】実施例、比較例

SiC粉末(平均粒子径 $3.0\mu\text{m}$ )に、異なる量比で $\text{CaF}_2$ 粉末(平均粒子径 $1.5\mu\text{m}$ )を配合し、有機バインダーにメチルセルロースを用いて水中に分散混合して均一なスラリーを調製した。このスラリーを鑄造成形により直径100mm、高さ150mmのつぼ状に成形したのち、乾燥して生成形体を得た。得られた生成形体を金属Siの粉末で被包した状態でアルゴンガス雰囲気中に保持された焼成炉に入れ、1900℃の温度に2時間保持して加熱焼成した。このようにして、Ca元素量を異なる割合で含有した複合組成から成るSiC-Si複合セラミックス材を製造した。

【0017】これらのSiC-Si複合セラミックス材についてアルカリガス雰囲気中における耐久性を試験するために、3.0容量%の $\text{PbO}$ を含むガス雰囲気中に調整保持された焼成炉に入れて、1300℃の温度で500時間熱処理した。この熱処理の前後における重量ならびに曲げ強度を測定してアルカリガス雰囲気中での耐久性を比較した。また、熱処理後のつぼの表面状態を目視観察により、下記の判定基準に従って評価した。

○…変化が認められない。

△…アルカリガスとの反応により生成した固形物が存在する。

×…多量の泡状析出物が存在する。

【0018】このようにして得られた耐久性試験の結果を、SiC-Si複合セラミックス材中のCa元素量等とともに表1に示した。

【0019】

【表1】

Run. No.	1	2	3	4	5	6
複合セラミックス材						
SiC (重量%)	80	80	80	80	80	80
Si (重量%)	20	20	20	20	20	20
Ca元素 (重量部)	0	0.3	0.5	1.0	2.0	2.5
見掛気孔率 (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
重量変化率 ( $\Delta Wt\%$ )	-10	-5	-1	0	0	0
室温曲げ強度 (MPa)						
熱処理前	300	300	300	300	300	300
熱処理後	190	220	280	290	280	280
目視観察結果	×	×	○	○	○	△

【0020】表1の結果から、SiC-Si複合セラミックス100重量部に対し、Ca元素量に換算した値が0.5～2.0重量部の割合でCaF<sub>2</sub>を含有させたRun. No. 3～5の本発明のSiC-Si複合セラミックス材は、3.0容量%のPbOを含むアルカリガス雰囲気中で1300℃の温度に500時間熱処理した際の重量変化率が極めて少なく、また熱処理前後における室温曲げ強度の変化も小さいことが判る。更に、熱処理後の表面状態も異常が認められず、アルカリガス雰囲気中における耐久性に優れていることが判明する。これに対して、Ca元素量が少ないRun. No. 1、2ではアルカリガス雰囲気中において熱処理した場合に消耗量が多いため重量変化率が大きく、また熱処理に伴う曲げ強度の低下も著しいことが明らかである。また、熱処理により多量の泡状析出物が発生している。一方、Ca元

素量が多いRun. No. 6では、熱処理時にCa成分がアルカリガスと反応して固形物が生成することが判る。

#### 【0021】

【発明の効果】以上のとおり、本発明のSiC-Si複合セラミックス材によれば、Ca単体又はCa化合物をCa元素量として0.5～2.0重量部の割合で含有させた複合組成とすることにより、高温アルカリガス雰囲気において優れた耐久性を付与することができる。したがって、Na、K、Pb、Bi等を含むアルカリガス雰囲気中で蛍光塗料や電子部品等を高温熱処理する際に用いる、さや、るつぼ等の焼成容器として、あるいは加熱炉用の均熱管や各種治具として、長時間に亘って安定に使用することが可能となる。